

# 南阳彩色小麦微量氟的分布及 浓度直读快速分析方法研究

高向阳, 宋莲军, 乔明武, 杜玉兰  
(河南农业大学生物技术与食品学院, 河南 郑州 450002)

**摘 要:** 用超声波技术浸提样品, 离子选择性电极浓度直读法快速测定了南阳彩色小麦中的微量氟, 方法快速简便、实用性强, 利于普及推广。RSD < 5%, 加标回收率为 92.0%~101.6%, 是测定小麦微量氟的较好方法。测定结果表明, 南阳彩麦中麸皮氟的含量比麦仁高数倍。

**关键词:** 彩色小麦; 微量氟; 超声波萃取; 浓度直读法

## Study on Concentration Direct Reading Analytical Method for Distribution of Micro-fluorine in Nanyang Color Wheat

GAO Xiang-yang, SONG Lian-jun, QIAO Ming-wu, DU Yu-lan  
(College of Biotechnology and Food Science, Henan Agricultural University, Zhengzhou 450002, China)

**Abstract:** The distribution of micro-fluorine in nanyang color wheat was determined with fluoride ion selective electrode by concentration direct reading method. This method was simple, rapid, sensitive and accurate after the sample was ultrasonically extracted. The recovery was 92.0%~101.6% by standard addition method, and RSD < 5% (n=3). The results obtained were satisfactory.

**Key words:** nanyang color wheat; micro-fluorine; ultrasonic extraction; direct reading concentration method

中图分类号 S512.1

文献标识码 A

文章编号 1002-6630(2005)11-0187-03

南阳彩色小麦是豫西南原子能农业利用研究组的专家培育出的优质强筋保健型小麦新品种, 有蓝、灰、紫、绿等多种天然颜色<sup>[1]</sup>。

氟是人体有益元素, 是绿色食品质量检验的必测指标, 可预防龋齿和骨质疏松, 加速伤口愈合, 促进铁的吸收。饮食中缺氟, 生长发育将会受阻。但摄入量过多, 则会引起恶心、呕吐、腹泻、肾功能损伤<sup>[2]</sup>。文献<sup>[3]</sup>报道成人平均每人每天氟安全和适宜的吸收量为 0.5~1.7mg, 其最佳途径是从食物中控制摄入的总氟量。南阳彩麦作为新的品种资源, 其氟的含量分布及其测定方法至今未见报道。本文用超声波技术浸提样品, 用浓度直读法快速测定了南阳彩麦样品中的微量氟, 方法快速简便、成本低廉、实用性强, 不需作图和进行复杂计算, 测定结果令人满意, 为南阳彩色小麦的特性研究和功能性食品开发提供了依据, 并建立了理想的快速分析方法。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器和试剂

1.1.1 主要仪器 PXSJ-216 型离子分析仪及其配套装置上海精密科学仪器有限公司; SKF-12 型超声波清洗器上海科导超声仪器有限公司; SYZ-B 型石英亚沸高纯水蒸馏器 江苏省宜兴市勤华石英玻璃仪器厂; 电子天平; 恒温干燥箱; 干燥器等。

1.1.2 氟标准储备液的配制 准确称取 120℃烘 2h 并在干燥器中冷却至室温的 NaF(G·R) 0.2210g, 用少量水溶解后定量移入 1L 容量瓶中定容, 混匀后置于聚乙烯瓶中保存, 此溶液浓度等于 100mg/L 氟离子标准储备液。

1.1.3 氟标准使用液 使用前, 用氟离子标准储备液逐级用水定容稀释至 1.00mg/L。

1.1.4 总离子强度缓冲调节剂(TISAB) 在 700ml 水中依

收稿日期: 2004-11-17

基金项目: 河南省教育厅科技攻关项目(2003550308)

作者简介: 高向阳(1949-), 男, 教授, 研究生导师, 主要从事仪器分析、食品分析方面的教学和研究工作。

次加入 57.00ml 冰乙酸, 58.00gNaCl 和 12.00g 柠檬酸钠, 搅拌至溶解, 用 5.0mol/L NaOH 溶液调节 pH=5.30, 移入 1L 容量瓶中用水定容, 混匀, 贮存于聚乙烯瓶中备用。

1.1.5 1.0mol/L HCl; 5.0mol/L NaOH; 所用试剂均为 GR 或 AR 级。

所用水为去离子水经石英亚沸蒸馏器重蒸两次的高纯水, 所用小麦样品采自国家小麦工程中心实验田( 郑州), 原种子由河南省南阳市农科所小麦研究室提供。

1.2 样品的预处理 所用样品直接采自实验田成熟麦穗, 较为洁净。每种样品用“四分法”取约 50g, 分批次置于玛瑙研钵中, 用研锤挤碎, 再研至全部过 60 目筛, 混匀后置于聚乙烯瓶中备用。此样品做水分测定和全麦氟含量测定。

另用“四分法”分别取样品 100g 左右于洁净烧杯中, 用适量高纯水室温浸泡约 5.0min, 滤除浸泡水, 停约 5min, 分批次放入玛瑙研钵中, 适度研磨至麦皮充分脱离后, 置于烘箱中烘干, 并使麦皮与麦仁分离, 分别用玛瑙研钵研至全部过 60 目筛, 分别保存于聚乙烯瓶中, 用前烘至恒重取样。

1.3 仪器的标定 准确移取氟标准使用液 0.50ml 于 50.00ml 比色管中, 加入 TISAB 25.00ml, 1.0mol/L HCl 5.00ml, 用水稀至刻度, 加盖混匀。此为氟离子浓度等于 10.00 $\mu$ g/L 的 A 标定液。另取 5.00ml 氟标准使用液于 50.00ml 比色管中, 以下同 A 标定液配制, 混匀, 此为氟离子浓度等于 100.00 $\mu$ g/L 的 B 标定液。用时, 置于 50ml 塑料烧杯中。

按说明书安装电极并预热好仪器, 按“开关”、“模式/4”键, 选择“直读浓度”模式, 按“确认”键, 选择浓度单位“ $\mu$ g/L”, 按两次“确认”键, 选择“二点校准”并确认, 将温度传感器及电极对插入 A 标定液中, 等数显稳定后, 输入  $C_1=10.00\mu$ g/L。按两次“确认”键, 清洗、处理电极后插入 B 标定液中, 再输入  $C_2=100.00\mu$ g/L, 按三次“确认”键, 进行“空白浓度”校准, 按“确认”, 呈现空白浓度值, 按“确认”储存“空白值”。至此, 仪器的标定结束。

样品的测定 准确称取过 60 目筛的全麦和麦仁样品 1g、麦麸皮 0.5g, 分别置于 50ml 比色管中, 各加入 1.0mol/L HCl 溶液 5.00ml, 水 5.00ml, 加盖于超声波清洗器中超声浸提 3.0min 后, 再加入 TISAB25.00ml, 用水稀至刻度, 混匀后倒入塑料杯中, 插入清洗、处理好的电极对, 直接从仪器上读取测定的浓度值, 并按下式计算样品中氟的含量。

$$x(\mu\text{g/g})_{\text{干基}} = \frac{C \times 50.00}{1000 \times m}$$

式中,  $m$  为干基样品的质量(g)。

## 2 结果与讨论

### 2.1 水分的测定

麦仁和麦麸皮分别取恒重干基样品测定, 小麦中水分的测定按 GB50093-85 方法进行, 平行测定均值如表 1。

表 1 小麦水分测定均值( $n=3$ )  
Table 1 The mean of water content in wheat( $n=3$ )

样品	蓝麦	小紫麦	硬质紫麦	灰麦	豫麦 34
含水量 (%, 干基)	13.17	10.93	12.71	10.86	10.71

### 2.2 标定液浓度的确定

根据对样品的预测结果, 标定液的浓度确定为 10.00 $\mu$ g/L 和 100.00 $\mu$ g/L 较为合适。

### 2.3 超声容器的选择

选用 50ml 带塞比色管, 便于操作和进行大批量样品的超声, 大大提高工作效率。

### 2.4 器皿的处理和洗涤

实验所用器皿如烧杯、玻棒、研钵、比色管、聚乙烯瓶等事先用 6.0mol/L HCl 浸泡数分钟, 并依次用去离子水、高纯水洗净后投入使用。

### 2.5 电极的处理

电极按说明书方法进行活化, 每次测定后均应洗到规定电位值。

### 2.6 离子分析仪的标定

实验表明, PXSJ-216 型离子分析仪有信号贮藏功能, 标定一次可连续使用 5d, 这与说明书所述相一致。

### 2.7 超声功率及时间

所用超声波清洗器的额定功率为 500W, 工作频率为 25kHz。在此条件下, 超声时间及测定结果如表 2。

表 2 超声时间与测定结果( $\mu$ g/g, 干基)  
Table 2 The ultrasonic time and results( $\mu$ g/g, dry basis)

样品	超声时间(min)						
	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0
灰麦	0.24	0.26	0.32	0.33	0.33	0.31	0.30
蓝麦	0.26	0.29	0.32	0.34	0.33	0.33	0.31
硬质紫麦	0.25	0.29	0.33	0.35	0.35	0.33	0.34

由表 2 可知, 超声 2.5min 即可浸提完全, 本文选择超声 3.0min。

### 2.8 小麦氟含量的分布

在实验条件下, 对各样品进行三次平行测定, 测定均值如表 3。

由表 3 知, 南阳彩麦中氟的含量均比豫麦 34 高, 且氟在麦麸皮中的分布要比麦仁中高数倍。

表3 小麦样品氟含量的分布( $\mu\text{g/g}$ , 干基)( $n=3$ )  
Table 3 The distribution of fluorine in wheat samples  
( $\mu\text{g/g}$ , dry basis)( $n=3$ )

样品	蓝麦	灰麦	硬质紫麦	小紫麦	豫麦34
小麦	0.34	0.33	0.35	0.29	0.28
麦麸皮	1.80	1.97	1.63	0.57	0.51
麦仁	0.21	0.29	0.22	0.18	0.16

## 2.9 精密度

按实验方法对南阳彩色小麦样品进行11次平行测定, 结果如表4。

表4 精密度测定结果( $\mu\text{g/g}$ , 湿基)  
Table 4 The determination results of precision ( $\mu\text{g/g}$ , wet basis)

样品	测定值 ( $\mu\text{g/g}$ , 湿基)	平均值 ( $\mu\text{g/g}$ , 湿基)	RSD (%)
硬质紫麦	0.30, 0.30, 0.32, 0.32, 0.32, 0.30 0.31, 0.32, 0.30, 0.31, 0.30	0.31	3.0
蓝麦	0.28, 0.28, 0.29, 0.29, 0.31, 0.30 0.29, 0.31, 0.32, 0.32, 0.29	0.30	4.9
灰麦	0.31, 0.30, 0.31, 0.31, 0.29, 0.30 0.30, 0.28, 0.32, 0.32, 0.30		4.0

## 2.10 回收率

各样品准确称取相同质量的试样两份, 分别进行氟加标回收率实验, 结果如表5。

## 3 结 论

用超声波浸提与离子选择性电极浓度直读法联用技

表5 回收率测定结果  
Table 5 The determination results of recovery

样品	测定值 ( $\mu\text{g/g}$ )	加标后测定值 ( $\mu\text{g/g}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/g}$ )	回收率 (%)
蓝麦	0.350	0.810	0.500	92.0
灰麦	0.330	0.807	0.500	95.4
小紫麦	0.300	0.796	0.500	99.2
硬质紫麦	0.340	0.848	0.500	101.6

术测定样品中的微量氟, 具有快捷简便、选择性好、准确度高, 仪器便携、操作简单、成本低廉, 实用性, 利于普及推广等显著优点。利用该法测定了南阳彩色小麦的含氟量并探讨了氟在小麦、麦皮、麦仁各部分的分布, 为南阳彩色小麦新品种资源的进一步研究和功能性食品的开发提供了依据。

## 参考文献:

- [1] 叶抗生. 我国培育出彩色小麦[J]. 湘西科技, 2002, (6): 26.
- [2] 闻芝梅. 陈君石. 现代营养学(第七版)[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1999: 319.
- [3] 魏新军. 食品营养与卫生学[M]. 北京: 中国农业科技出版社, 2001.
- [4] 马运明, 马蔚. 氟化物的分析方法进展[J]. 环境与健康杂志, 2003, 20(2): 125-126.

## 信 息

### 澳大利亚开发近红外线食品检测仪

最近, 澳大利亚近红外线反射技术公司推出近红外线传递分光光度计的食品分析新方法, 用于测定食品中广泛的组成成分。

据悉, 该公司的3000系列近红外线食品分析仪能测定出食品中所含的蛋白质、脂肪、酒精、糖和其他成分。近红外线反射和近红外线传递、微波及X-射线是测定食品成分的最为普遍的三项技术。近红外线食品分析仪主要用户是生产肉制品、奶油乳酪、乳制品、蛋黄酱、酸奶、香肠、黄油、人造黄油的企业。

### 韩国将严查泡菜等进口食品

从本月10日开始, 韩国将针对泡菜、半熟大米、酱油、辣椒酱、辣椒面等6种主要进口食品进行重金属、农药含量检查。此前, 泡菜等产品根据食品规格标准仅对TAR系色素等色素进行了检查, 此后决定针对铅、镉、水银等重金属和农药实施检查。

韩国政府还决定, 对在外国被判定为对人体有害的加工食品, 进入海关前禁止此类食品进口和销售, 借此杜绝有害食品流入韩国。韩国食品医药厅计划在下周初发表对中国产泡菜的分析结果。